

11;12

## Трансформация графитовых островков на поверхности рекристаллизованной платиновой фольги под действием механического нагружения

© С.А. Князев,<sup>1</sup> В.Е. Корсуков,<sup>1</sup> М.М. Корсукова,<sup>1</sup> И.И. Пронин,<sup>1</sup> К. Schierbaum<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,  
194021 Санкт-Петербург, Россия  
e-mail: maria.korsukova@mail.ioffe.ru

<sup>2</sup> Institute für Experimentelle Physik der kondensierten Materie, Heinrich-Heine Universität,  
40225 Düsseldorf, Germany

(Поступило в Редакцию 7 декабря 2006 г.)

Методами дифракции медленных электронов и электронной оже-спектроскопии исследовано *in situ* воздействие одноосного растяжения на поведение островков сегрегированного графита на поверхности рекристаллизованных фольг платины. Установлено, что механическое напряжение оказывает существенное влияние на размеры и ориентацию графитовых островков. Обнаружен эффект преимущественного выстраивания островков вдоль ступеней на поверхности платины.

PACS: 68.47.De, 68.35.Gy, 61.14.Hg

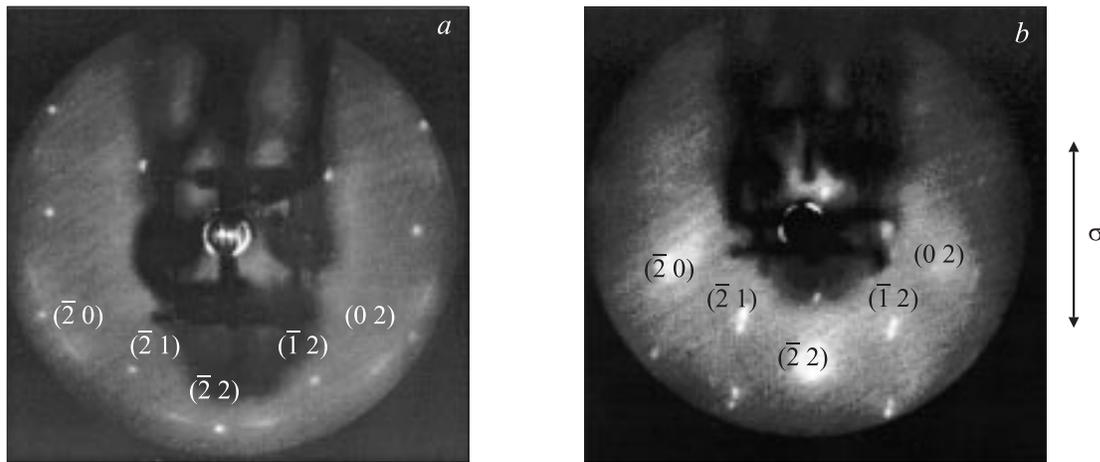
Исследование влияния поверхностных напряжений на рост и структуру ультратонких пленок представляет большой интерес для нанотехнологии [1]. Для получения структур, перспективных для изготовления наносенсоров, используются окислы металлов, таких как титан, ванадий и церий, выращенные на подложках платины, палладия или родия. При этом используются монокристаллические подложки, а окислы металлов образуют монослойные островковые структуры [2–4]. Стандартный процесс приготовления этих подложек включает в себя ионное распыление и отжиг в сверхвысоком вакууме для очистки поверхности металла от сегрегированного углерода и восстановления кристаллической поверхности. Недавно было показано, что под воздействием внешнего механического напряжения на поверхности (111) рекристаллизованной Pt-фольги образуются упорядоченные террасы и ступеньки [5]. В принципе, это может послужить основой альтернативного метода получения ультратонких пленок металлических окислов с использованием в качестве подложки Pt-фольги (вместо дорогостоящих монокристаллов). В работе [5] было также установлено, что в процессе очистки и рекристаллизации Pt-фольги образуются графитовые островки сегрегированного углерода с различной степенью покрытия поверхности фольги. Такие островки могут быть использованы в качестве модели для изучения влияния механических напряжений на поведение поверхностных островковых структур.

Целью настоящей работы является изучение влияния одноосного растяжения на строение островков графита, сформированных на поверхности платины (111).

Исследования проводились *in situ* методами дифракции медленных электронов (ДМЭ) и электронной оже-спектроскопии (ЭОС). В качестве образцов использовались полоски платиновой фольги (объемная чистота 99.99%) размером  $30 \times 4 \times 0.02$  mm. Рекристаллиза-

ция и очистка поверхности платины проводилась серией чередующихся прогревов в сверхвысоком вакууме при температуре  $\sim 920$  K и в атмосфере кислорода с парциальным давлением  $O_2$   $10^{-4}$  Pa при температуре  $\sim 850$  K. На разных стадиях очистки поверхности получались образцы с различным содержанием примесных атомов сегрегированного углерода. Концентрация углерода на поверхности образцов определялась методом ЭОС. Подготовленные таким образом образцы подвергались одноосному растяжению в диапазоне приложенных напряжений  $\sigma$  от 80 до 100 МПа, что соответствовало величинам относительной деформации образцов  $\epsilon$  от 3 до 4%. Структура поверхности нагруженных образцов исследовалась *in situ* методом ДМЭ.

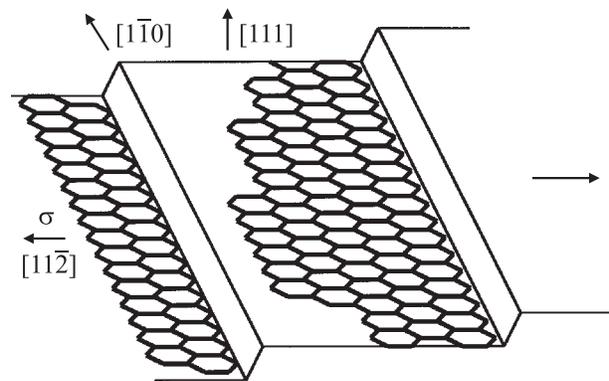
Полученные экспериментальные результаты иллюстрируются рис. 1. На рис. 1, а показана картина ДМЭ от поверхности рекристаллизованной Pt-фольги в ненагруженном состоянии. Из рисунка видно, что кроме рефлексов, соответствующих поверхности Pt(111), в картине присутствуют и дополнительные дугообразные рефлексы. Следует отметить качественное подобие картины, представленной на рис. 1, а, и картины дифракции от поверхности монокристаллической Pt(111), покрытой сверхтонкой пленкой графита [6] (см., например, рис. 6 из работы [6]). Отсюда можно сделать вывод, что и в нашем случае на поверхности платиновой фольги формируется пленка графита. Анализ интенсивностей оже-линий углерода и платины показывает, что сформированная монослойная пленка графита занимает примерно 50% площади поверхности подложки. Причем, как следует из данных ДМЭ, двумерная решетка графита в разных островках имеет различную азимутальную ориентацию относительно решетки Pt-подложки. Средняя величина разориентации составляет  $\sim 15^\circ$  относительно напряжений [112] поверхности Pt(111).



**Рис. 1.** Картины ДМЭ от поверхности (111) платиновой фольги, содержащей  $\sim 50$  at.% углерода: а) без внешней нагрузки,  $\sigma = 0$ , энергия электронов 197 eV; б) при механическом напряжении  $\sigma = 80$  МПа, 224 eV.

Картина ДМЭ, полученная от нагруженного образца ( $\sigma = 80$  МПа,  $\varepsilon = 3\%$ ), представлена на рис. 1, б. Видно, что под действием механического напряжения рефлексы  $(-20)$ ,  $(-21)$ ,  $(-12)$ ,  $(02)$  и др. от поверхности Pt(111) расщепляются в направлении  $[11-2]$ , совпадающем с направлением приложения нагрузки. Это означает, что на поверхности Pt(111) образуется упорядоченная ступенчатая структура [5,7]. Образование такой структуры обусловлено выходом на поверхность платины линий и полос скольжения при пластической деформации [8]. Сформированная под действием нагрузки система регулярных ступенек схематически показана на рис. 2. Важно отметить, что ориентация ступенек близка к направлению  $[1-10]$ , перпендикулярному оси растяжения. Ширина ступенек, оцененная из величины расщепления рефлексов Pt, составляет  $\sim 1.8$  nm.

Из сравнения рис. 1, а и б видно, что для нагруженного образца дугообразные рефлексы от графитовой сетки исчезают, а вместо них на расщепленные рефлексы подложки Pt( $-20$ ) и Pt( $-22$ ) накладываются дополнительные размытые рефлексы от графитовых островков. Угловая ширина размытых рефлексов составляет  $4-6^\circ$  в азимутальном и радиальном направлениях. Такое изменение дифракционной картины свидетельствует о том, что механическая нагрузка влияет на ориентацию и размеры графитовых островков. В частности, уменьшение азимутальной ширины дугообразных рефлексов указывает на снижение средней реориентации графитовых сеток островков относительно решетки Pt до нескольких градусов. Наблюдаемое в нагруженном состоянии уширение рефлексов графита в радиальном направлении обусловлено уменьшением эффективного размера островков. Действительно, оценка эффективного размера в кинематическом приближении из полуширины рефлексов графита дает значение  $\sim 2$  nm для нагруженных образцов и  $\sim 10$  nm — для ненагруженных. Уменьшение размеров графитовых островков связано с выходом на поверхность Pt линий и полос



**Рис. 2.** Схематическое изображение графитовых островков на ступенях нагруженной поверхности Pt(111).

скольжения, образующих ступенчатую структуру. При этом островки, размеры которых превышают размеры террас, разрезаются краями ступенек, а мелкие островки под воздействием механического поля двигаются и разворачиваются на террасах, пристыковываясь к основаниям ступенек (рис. 2). Такое движение графитовых островков на террасах облегчается тем, что островки слабо связаны с подложкой. Выстраивание графитовых островков вдоль ступеней подложки происходит под влиянием барьеров Эрлиха-Швёбеля (the Ehrlich-Schwoebel barriers) [9], делающих энергетически наиболее выгодной локализацию атомов углерода на границе ступенек. Таким образом, под воздействием механического напряжения происходит не только изменение строения подложки Pt, но и радикальная перестройка пленки сегрегированного графита.

К. Schierbaum и И.И. Пронин благодарят Федеральное министерство науки Германии (BMBF, Internationales Büro, Bonn) за финансовую поддержку их научных командировок (грант RUS 05/A26).

## Список литературы

- [1] Блохин С.А., Смирнов А.Н., Сахаров А.В., Гладышев А.Г., Крыжановская Н.В., Малеев Н.А., Жуков А.Е., Семенова Е.С., Бедарев Д.А., Никитина Е.В., Кулагина М.М., Максимов М.В., Леденцов Н.Н., Устинов В.М. // ФТП. 2005. Т. 39. Вып. 7. С. 782–787.
- [2] Surnev S., Ramsey M.G., Netzer F.P. // Prog. Surf. Sci. 2003. Vol. 73. P. 117.
- [3] Sedona F., Rizzi G.A., Agnoli S., Llabres I Xamena F.X., Parageorgiou A., Osterman D., Sambì M., Finetti P., Schierbaum K., and Granozzi G. // Phys. Chem. B. 2005. Vol. 109. P. 24411.
- [4] Berner U. and Schierbaum K.-D. // Phys. Rev. B. 2002. Vol. 65. P. 235404-1-10.
- [5] Князев С.А., Корсуков В.Е. // ФТТ. 2005. Т. 47. Вып. 5. С. 876–879.
- [6] Ueta H., Saida M., Nakai Ch., Yamada Y., Sasaki M., Yamamoto S. // Surf. Sci. 2004. Vol. 560. P. 183–190.
- [7] Kramer D.E., Savage M.F., Levine L.E. // Acta Mat. 2005. Vol. 53. N 17. P. 4655–4664.
- [8] May J.W. // Surf. Sci. 1969. Vol. 17. N 1. P. 267–270.
- [9] Оура К., Лифшиц В.Г., Саранин А.А., Зотов А.В., Катаяма М. Введение в физику поверхности. М.: Наука, 2006. 490 с. (Oura K., Lifshits V.G., Saranin A.A., Zotov A.V., Katayama M. Surface Science. An Introduction. Berlin-Heidelberg: Springer, 2003.)